

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PAT-NO: JP401171856A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01171856 A
TITLE: METALLIZED FILM
PUBN-DATE: July 6, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
YOKURA, MITSUYOSHI	
HATADA, KENJI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TORAY IND INC N/A	

APPL-NO: JP62331682
APPL-DATE: December 26, 1987

INT-CL (IPC): B32B015/08

US-CL-CURRENT: 428/458

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a metallized film showing no lowering of the bonding strength of a vapor-deposited metal layer not only under a high temp. and high humidity condition but also in a liquid, by bonding a polymer film and the vapor-deposited metal layer through a plasma polymerization layer formed from an acrylic or methacrylic compound having a glycidyl group.

CONSTITUTION: A polyester film is introduced into an internal electrode type plasma polymerization apparatus and, after said apparatus is evacuated to set initial pressure to 1×10^{-4} Torr, glycidyl methacrylate is introduced and discharge treatment is performed at power density of 400Wmin/m² while pressure is held to 0.2Torr to provide a plasma polymerization layer having a thickness of about 100 μ m; on the surface of the polyester film. Then, a metal vapor-deposited layer is formed on the plasma polymerization layer to obtain 180° wet release strength of 55g/cm exceeding 30g/cm being a practical level in a general use aspect.

COPYRIGHT: (C)1989, JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A)

平1-171856

⑤ Int. Cl.⁴

B 32 B 15/08

識別記号

1 0 2

庁内整理番号

Z-2121-4F

④ 公開 平成1年(1989)7月6日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

④ 発明の名称 金属蒸着フィルム

② 特 願 昭62-331682

② 出 願 昭62(1987)12月26日

⑦ 発 明 者 与 倉 三 好 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑦ 発 明 者 畑 田 研 司 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑦ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

明 細 書

1. 発明の名称

金属蒸着フィルム

2. 特許請求の範囲

(1) 高分子樹脂フィルムと金属蒸着層が、グリシジル基を有するアクリルまたはメタクリル化合物から形成されたプラズマ重合膜を介して接合されてなる金属蒸着フィルム。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は金属蒸着フィルムに関するもので、蒸着ヌケ(ピンホール)が極めて少なく、かつ高温高湿下および液中での接着性に優れた金属蒸着フィルムに関するものである。

〔従来の技術〕

高分子樹脂フィルム基材上にAl, Cu, Pd, Tiなどの金属を蒸着したフィルム、いわゆる金属蒸着フィルムは種々の用途に用いられている。

例えば、コンデンサー、食品包装材、透明導電フィルム、磁気テープなどである。

しかしながら、高分子樹脂フィルム基材上に直接金属を蒸着した場合には、金属と基材の接着力が弱く、金属蒸着膜の剥離、あるいはピンホールによる蒸着ヌケが生じ、実用上問題がある。

例えば、ポリエステルフィルムに、Alを蒸着した包装材用途では、水蒸気透過率の増大から生ずる透湿の問題、あるいは磁気記録テープにおけるドロップアウトなどの問題などである。

これらの問題点を改善したものとして、特開昭59-96137には、有機ケイ素化合物ガスの低温プラズマ処理によるプラズマ重合膜を形成し、次いでメタライジングする方法が提案されている。しかし該方法によるものは、通常湿度条件下における接着力は優れているが、高温高湿下あるいは液体中で急激に接着力が低下する欠点がある。さらに、製造技術的には、プラズマ重合中に重合が急激に進み、電極および処理基材表面上にプラズマ重合物が、パウダー状に析出するという欠点がある。

また、特公昭61-13310には、ポリエステルフィルム表面を窒素気体雰囲気中でコロナ放

電処理した後、金属蒸着したものが提案されている。該提案によるものは、従来のものより高温高湿下の水蒸気遮断性劣化防止の点からいえば、改良されているが、近年要求されている過酷な条件での使用、例えばワイン容器などのような飲料用液体保存容器として使用する場合には、高温殺菌時に蒸着層が簡単に剥離してしまい、使用できないという問題がある。

さらにメッキ型のフレキシブルプリント基板の製造にコロナ放電処理を適用する場合、例えば耐熱フィルムをコロナ放電処理後、その上に予めCuなどを蒸着し、次いでさらにメッキ方式によって銅を厚く積層する必要があるが、この場合、メッキ浴中に入れた際、蒸着膜がフィルムから簡単に剥離してしまうという問題がある。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明は、かかる従来技術の諸欠点に鑑み創案されたもので、その目的はフィルムの機械的特性を損なわず、金属蒸着膜の接着力、特に液中または高湿下における接着力が優れ、かつ蒸着メケの

少ない金属蒸着フィルムを提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

かかる本発明の目的は、高分子樹脂フィルムと金属蒸着層が、グリシジル基を有するアクリルまたはメタクリル化合物から形成されたプラズマ重合層を介して接合されてなる金属蒸着フィルムにより達成される。

本発明において使用される高分子樹脂フィルムとしては、ポリエステルフィルム、ポリプロピレンフィルムあるいはポリイミド系フィルム、ポリフェニレンスルフィド系フィルムなど通常蒸着用基材として用いられているものが挙げられるが、好ましくは、耐高湿性、耐水性に優れたポリエステルフィルム、ポリプロピレンフィルムおよびビロメリット酸二無水物と4, 4'-ジアミノジフェニルエーテルの縮合物または、3, 4, 3', 4'-ビフェニルテトラカルボン酸と4, 4'-ジアミノジフェニルエーテルの縮合物からなるポリイミドフィルムがより好ましく、中でもポリエステルフィルムが特に好ましい。

ここでポリエステルフィルムとは、芳香族二塩基酸またはそのエステル形成性誘導体と、ジオールとから合成される高結晶性の線状飽和ポリエステルであり、具体的にはポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンイソフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2, 6-ナフタレートまたは一部が他成分に置換された共重合体や、ポリアルキレングリコール、ポリカーボネートなどの配合体を常法により二軸延伸したフィルムが挙げられる。

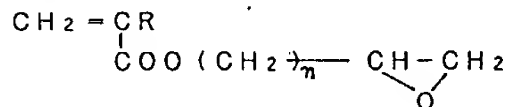
フィルムの厚さは、特に限定されるものではなく、目的に応じ好ましく選定すれば良い。

通常包装材用途としては約50μm前後のものが使用される。また上記フィルムを予めグロー放電、あるいはコロナ放電、表面改質用のコーティングなど前処理を施しておいてもよい。

本発明においてプラズマ重合層とはグリシジル基を有するアクリルまたはメタクリル化合物の蒸気雰囲気下で放電によって形成される有機化合物重合体層をさす。

プラズマ重合の方法は公知の方法でよく、例えばフィルムを内部電極方式の装置内にセットした後、真空ポンプで排気し、次いでグリシジル基を有するアクリルまたはメタクリル化合物の蒸気を所定の圧力(0.01~10 Torr程度)になるまで供給した後、適当な電力を電極に印加する方法などである。

本発明においてグリシジル基を有するアクリルまたはメタクリル化合物とは、次式で示されるものをいう。



ここでRは-Hまたは-CH₃を示す。

nは1~3の整数を示す。

中でもRが-CH₃、n=1のグリシジルメタクリレートが接着効果、取扱性などの点から好ましい。

プラズマ重合層の厚さは特に限定されないが、接着効果および蒸着時のカール防止性などの点か

ら20Å～4μmの範囲が好ましく、より好ましくは50～2000Åである。

本発明における金属蒸着層としては、特に限定されるものではなく、公知の金属または合金を、加熱蒸着、電子ビーム蒸着、あるいはスパッタリングなどの公知の方法によって形成されるものが使用可能であるが、Al、Cu、Zn、Ti、Ni、Co、Feなどの金属またはこれらの合金など、あるいはこれらの酸化物などの蒸着層が、高温または液中でも接着力が強い点で好ましい。

金属蒸着層の厚さは特に限定されるものではないが、400Å～50μmの範囲が好ましく、より好ましくは500Å～20μmである。

〔実施例〕

以下実施例により本発明を具体的に説明するが、実施例中の物性はそれぞれ次の方法で測定したものである。

〔物性の測定方法〕

(1) 蒸着層と基材フィルムの接着性

A. セロテープの剥離強度

mに切断した。

(2) 180度湿剥離強度の測定

(1) で得たサンプルを、万能引張り試験機（東洋ポールドウィン製、“テンシロン”）を用い、サンプルをセット後、剥離界面にスポイドで水を滴下（約0.05cc）した後、接着力を測定した。

測定条件：引張り速度 200mm/min

サンプル寸法：幅10mm、長さ100mm、
接着長さ75mm

実施例1

厚さ38μm、幅15cmのポリエステルフィルム（東レ（株）製“ルミラー”）を内部電極方式のプラズマ重合装置に入れ、初期圧力1×10⁻⁴Torrに排気後、グリシジルメタグリレートを導入し、0.2Torrの圧力に保ち、電力密度400W・min/m²で放電処理してポリエステルフィルム表面上にプラズマ重合層を約100Å厚さに設けた後、該プラズマ重合層上に下記条件で金属蒸着層を形成した。

蒸着フィルムの蒸着面に、市販のセロファン粘着テープ（ニチバン（株）製、“セロテープ”）を貼り付け、指で強く押圧後、180度剥離し、次の基準に従って剥離後の付着面積を5段階指数で判定した。

蒸着付着面積(%)	接着指数(ランク)
100%	5
90%以上 100%未満	4
75%以上 90%未満	3
50%以上 75%未満	2
50%未満	1

B. 180度湿剥離強度

a. サンプル

厚さ0.5mmのアルミ板上にエポキシ系接着剤（チバガイギー（株）製“アラルダイト・ラビッド”）を塗布した上に蒸着フィルムの蒸着面をつけ、直径10mmのガラス棒を手でころがしながら押圧し、80℃に調温された熱風乾燥機中で30分間キュアした。さらに幅10mm、接着長さ75mm、非接着長さ25mm、全長100mm

蒸着条件

装置：高真空蒸着装置 EBH-6 型

（日本真空（株）製）

蒸着金属：アルミニウム

真空度：1×10⁻⁴mmHg

蒸着厚み：600Å

得られた金属蒸着フィルムについてセロテープ剥離強度を測定したところ指数5と極めて良好であった。また180度湿剥離強度は55g/cmであり、一般使用上実用レベルと判断される30g/cmをはるかに上回る強度であった。

比較例1

実施例1と同じポリエステルフィルムを下記条件でN₂中でコロナ放電処理を行なった後、金属蒸着を実施例1と同条件で行なった。得られたサンプルのセロテープ剥離強度は1g/cm以下で、全く接着力を有していなかった。

コロナ放電処理条件

装置：コロナ放電処理装置

（春日電機（株）製 HF-401）

処理強度：6,000 J / m²

N₂ 流量：200 L / 分

〔発明の効果〕

本発明は上述のごとく構成したので、高温高湿下はもとより、液中においても蒸着金属層の接着力が低下せず、コンデンサー、包装容器、特に高圧蒸気滅菌を施す液体容器をはじめとして電機、包装、装飾など種々の用途において優れた性能を示すものである。

特許出願人 東 レ 株 式 会 社